

## (19)대한민국특허청(KR)공개특허공보(A)

(51) Int.Cl. 6

C25D 5/58

출원번호	10-1999-7008155
출원일자	1999년09월08일
공개번호	특2000-0076067
공개일자	2000년12월26일
번역문 제출일자	1999년09월08일
우선권주장	191601
국제출원번호	PCT/JP1999/02180
국제출원일자	1999년04월23일
국제공개번호	20
국제공개일자	2000년01월13일
대리인	강동수 강일우 최정연 홍기천
발명자	모리히데유키 구마가야마사시
출원인	가부시키가이샤 자판 에너지노미야마 아키히코
심사청구	있음
발명의명칭	금속도금 전처리제 및 그것을 사용하는 금속도금 방법



요약

본 발명은, 분말체나 경면물에 대해서도 용이하게 적용할 수 있는 무전해도금 방법을 제공하고, 또한, 그 방법을 위한 금속도금 전처리제를 제공한다. 이 전처리제는, 귀금속이온과 복합체를 형성하는 활성관능기를 가진 아졸계 화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응에 의해 얻어진 실란커플링제를 포함하여 구성한다. 이것을 사용하여 표면처리한 피도금물을 귀금속이온을 함유하는 용액으로 처리한 후, 무전해도금함으로써 금속도금을 행한다.



명세서

※ 배경기술

무전해금속도금법은 전도율이 없는 기판에 금속피막을 형성하는 방법의 하나이며, 무전해도금의 전처리로서 팔라듐 등의 귀금속을 촉매로서 미리 기판에 부착시켜 높은 활성화라고 하는 방법으로 하는 것이 일반적이다. 지금까지,  $\text{SnCl}_2$ 의 염산성수용액으로 처리한 후  $\text{PdCl}_2$ 수용액에 침지처리함으로써 Pd를 기판 위에 흡착시키거나, Sn과 Pd를 함유한 콜로이드용액에 의해 Pd를 표면에 담지시키는 방법이 사용되어 왔다. 이들 방법은 Sn을 사용하는 관점에서 복잡한 처리과정 등 문제가 많다. 그래서 최근, 무전해도금의 촉매로 사용되는 Pd 등의 귀금속을 표면에 담지시키는 방법으로서 이들 귀금속류와 복합체를 형성할 수 있는 관능기를 가진 실란커플링제를 사용한 방법이 여러 가지로 제안되어 있다(일본 특개소 59-52701, 일본 특개소 60-181294, 일본 특개소 61-194183 및 일본 특개평 3-44149). 그러나, 이 중에 나타나 있는 실란커플링제를 기판에 균일하게 흡착시키고자 하면 종래의 아마노실란커플링제나 에폭시실란커플링제는, 수용액 속에서 탈수소축합반응에 의해 겔화하기 쉬워 고농도로 용해할 수 없을 것이다. 또한, 유기용제 속에서는 가수분해축합이 거의 일어나기 어렵고, 대부분이 모노머로 존재하기 때문에 액의 점성이 낮다. 이 때문에, 그러한 실란커플링제가 경면물상에 균일하게 도포하여도 막의 두께의 조정이 어렵기 때문에, 커플링제는 단지 얇은 막을 제공할 수 있었다. 이 때문에, 귀금속을 포획하는 관능기가 표면에 소량밖에 존재할 수 없기 때문에, 후속공정에서의 도금 촉매의 기능을 가진 귀금속이 불균일하게 부착될 수 있다. 이 결과로서 무전해도금막을 균일하게 형성하는 것이 어려워졌다. 이 때문에 경면유리표면의 무전해도금은, 표면을 불화수소산이나 뜨겁게 한 갈양카리액에 의해 표면을 거칠게 하는 방법이 현재도 행하여지고 있다. 또한, 분말체와의 처리에서도, 종래의 아마노실란커플링제 및 에폭시실란커플링제는 표면의 부착이 적기 때문에, 처리액의 용매를 완전히 휘발시켜 커플링제를 강제적으로 분말표면에 부착시킨 후, 가열건조하여 가수분해축합시키지 않으면 안되었다.

#### [발명의 개시]

본 발명은 이러한 관점에서 종래 방식으로 무전해도금용 거의 적용하기 어려웠던 분말체나 경면물에 대해서도 성공적으로 무전해도금이 가능한 신규의 무전해도금에 의한 금속도금 방법 및 그를 위한 금속도금 전처리제를 제공하는 것을 목적으로 하는 것이다.

본 발명자는, 예의 검토한 결과, 상술한 문제들이 상기 귀금속이온과 복합체 형성기능을 가진 실란커플링제로서 특정한 실란커플링제를 선택함으로써 해결할 수 있는 것을 발견하여, 본 발명에 이르렀다.

즉, 본 발명은,

- (1) 귀금속이온과 복합체를 형성하는 활성관능기를 가진 아줄계 화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응에 의해 얻어진 실란커플링제를 포함하여 구성하는 금속도금 전처리제,
- (2) 귀금속이온과 복합체를 형성하는 활성관능기를 가진 아줄계 화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응에 의해 얻어진 실란커플링제로 표면처리한 피도금물을 귀금속이온을 함유하는 용액으로 처리한 후, 무전해도금하는 것을 특징으로 하는 금속도금 방법,
- (3) 상기 (2)에 있어서, 아줄계 화합물이 이미다졸류인 것을 특징으로 하는 금속도금 방법,
- (4) 상기 (2)에 있어서, 귀금속이온이 팔라듐이온인 것을 특징으로 하는 금속도금 방법,
- (5) 상기 (2)에 있어서, 무전해도금이 동 또는 니켈인 것을 특징으로 하는 금속도금 방법에 관한 것이다.

#### [발명을 실시하기 위한 최량의 형태]

본 발명은, 무전해도금의 촉매인 Pd 등의 귀금속을 피도금면에 담지시키기 위해서 사용하는 실란커플링제, 또는 귀금속과 복합체 형성할 수 있는 상기 관능기를 가진 실란커플링제로서, 귀금속이온과 복합체를 형성할 수 있는 활성관능기를 가진 아줄계화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응생성물을 사용하는 것이 중요하다.

상기 아줄계 화합물로서는, 피롤, 인돌, 이미다졸, 피라졸, 벤즈이미다졸, 인다졸 등을 들 수 있는데, 이들에 제한되는 것이 아니다. 또한 상기 에폭시실란계 화합물로서는, 분자 내에 에폭시기와 알콕시실릴기를 가진 화합물이며, 일반적으로  $\gamma$ -글리시독시프로필알콕시실란을 포함하지만, 이에 제한되는 것이 아니다. 아줄계 화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응으로 얻어진 실란커플링제 자체는 이미 공지이다. 예를 들면 일본 특개평6-256358호 공보에 이미다졸

화합물과 에폭시실란과의 반응에 의해 이미다졸실란화합물을 얻는 것이 개시되어 있다; 그러나 다른 아졸계 화합물과의 반응도 이와 마찬가지로 하여 행할 수 있다. 이 반응생성물인 실란커플링제는, 분자사이 및 분자 내 축합물을 포함한 상태로 얻어지는 경우가 있는데, 특히 이들을 분리할 필요는 없고 혼합물로 사용할 수 있다. 이 실란커플링제는 반응성이 높고, 또한, 수용액의 산성도를 조절하여 임의의 농도를 가진 수용액으로 조정을 할 수 있다. 또한, 용해한 용액에 어느 정도의 점성을 제공한다. 그래서, 피막이 이 실란커플링제를 사용함으로써 피도금물의 기초표면에 어느 정도의 두께로 균일하게 형성될 수 있다. 또한 중래의 이미노실란 등의 커플링제로는 거의 도금되기 어려웠던 경면물상이나 용매를 증발하지 않으면 처리할 수 없었던 분말체 등도 포함하여 각종 기초표면에 대하여 용이하게 무전해도금이 가능하다. 상기 귀금속으로서, 무전해도금액으로부터 피도금물 표면에 동이나 니켈 등의 금속을 석출시킬 때의 촉매효과를 나타내는 팔라듐, 은, 백금, 금 등을 들 수 있는데, 특히 팔라듐이 바람직하다.

본 발명의 금속도금 방법에 의하면, 피도금물은 그들의 성상에 제한되지 않는다. 유리 및 세라믹 등의 무기재료; 폴리에스테르, 폴리아미드, 폴리리미드 및 불소수지 등의 플라스틱재료; 필름, 시트, 섬유 및 필요에 따라 유리포기소재 등으로 강화된 에폭시수지 등의 절연판 등의 절연물; Si 웨이퍼를 포함하는 반도체 등의 낮은 전도율을 가진 피도금물에 적용할 수 있지만, 피도금물은 투명유리판, Si 웨이퍼 및 기타 반도체기판 같은 경면물 및 분말체를 포함하여 본 발명의 방법을 성공적으로 실시할 수 있다. 이러한 분말체로서는, 유리비드, 이황화몰리브덴분말, 산화마그네슘분말, 흑연분말, SiC분말, 산화지르코늄분말, 알루미늄이산화물, 알루미나분말, 산화규소분말, 마이카후레이크, 유리섬유, 질화규소, 테프론분말 등을 들 수 있다.

무전해도금하는 기초표면을 상기한 바와 같은 아졸계 화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응생성물인 실란커플링제로 처리하는 경우, 이 실란커플링제는 용액을 만들기 위하여, 물, 메틸알콜, 에틸알콜, 2-프로판올, 아세톤, 톨루엔, 에틸렌글리콜, 폴리에틸렌글리콜이나 이들을 혼합한 용매 등의 적절한 용매에 용해될 수 있다. 판형상의 기초표면에 대해서는, 침지처리나 브러시 도포로 기초표면코팅한 후에 용매를 증발시키는 방법이 일반적이지만, 이에 한정되는 것은 아니다. 표면에 균일하게 실란커플링제를 부착시키는 방법이면 된다. 또한, 분말체에 대해서는, 침지처리 후 용매를 증발시켜 강제적으로 용액 속에 포함되는 실란커플링제를 기초표면 표면에 부착시키는 방법 외에 이 실란커플링제가 균일한 성막상에 의해 침지상태로 기초표면에 흡착이 가능하기 때문에, 처리 후 용매를 여과하여 습한 분말체를 건조시키는 방법도 가능하다.

처리하는 용액중의 실란커플링제 농도는 이에 한정된 것은 아니지만, 일반적으로 0.001~10중량%이 실용적이다. 0.001중량% 미만의 경우, 기초재의 표면에 부착하는 커플링제량이 낮아지기 쉬워, 효과를 얻기 어렵다. 또한, 10중량%를 넘으면 부착량이 지나치게 많아 건조되기 어렵거나, 분말의 응집이 일어나기 쉬워진다. 표면처리 후에 사용한 용매를 증발시키는 데에는, 이 용매의 휘발온도이상으로 가열하여 표면을 건조할 수 있으면 충분하지만, 더욱 60~120℃로 10~60분간 가열건조하는 것이 바람직하다.

상기와 같이 하여 표면처리한 것에 대하여 화학도금하는 방법은 공지의 방법이다. 즉, 팔라듐 등의 귀금속이온을 포함한 용액과 접촉시켜, 기초표면에 처리된 커플링제의 아졸기에 귀금속을 포착시킨다. 여분의 할로겐화물 등의 가용성 귀금속염 및 염산 등의 가용화제를 세정 후, 무전해도금 등의 화학도금처리를 행한다.

또한, 무전해도금을 최초로 행하여 금속 박막을 형성시켜, 전도율이 없는 기초표면에 어느 정도의 전도율을 갖게 한 후, 전기도금이나 비금속(非金屬)과의 치환도금을 행하는 것도 가능하다.

본 발명에 의해 무전해도금에 의해 동, 니켈, 코발트, 주석 또는 금 등의 금속을 도금할 수 있는데, 본 발명에 사용하는 무전해도금액의 대표적인 것을 기록하면 이하의 것이 있다.

#### ① 고속 및 두꺼운 도금용 무전해 동도금 조성물의 대표예

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0.04~0.06몰/l

EDTA.2Na 0.04~0.12몰/l

$\text{HCHO}$ (37%) 0.08~0.5몰/l

pH 12~12.5

도금 온도 70~90℃

② 저온무전해동도금 조성물의 대표예

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  12.5~14.5g/l

$\text{HCHO}$ (37%) 20~25 g/l

로셀염 25~40 g/l

pH 12.2~12.5

도금 온도 20~30℃

③ 고온산성욕으로서 무전해 Ni 도금 조성물의 대표예

황산니켈 20~22 g/l

유산 25~30 g/l

프로피온산 2~3 g/l

차아인산나트륨 20~22g/l

pH 4.5~5.5

도금 온도 80~90℃

④ 저온 암모니아알칼리성욕으로서 무전해 Ni도금 조성물의 대표예

황산니켈 24~26 g/l

피로인산나트륨 48~52 g/l

차아인산나트륨 24~26 g/l

pH 10~11

도금 온도 55~65℃

※ 기술적 과제

본 발명은, 낮은 전도율을 가진 재료, 경면물이나 분말체 등의 표면에 무전해도금에 의해 금속도금하는 방법 및 그를 위한 금속도금 전해리제에 관한 것이다.

※ 산업상 이용 가능성

이상 설명한 바와 같이 본 발명의 신규의 금속도금 전처리제를 사용하는 무전해도금법에 의하면, 종래 방법에서는 쉽게 적용하기 어려운 경면물이나 분말체에 대해서도 바람직하게 무전해도금을 행할 수 있고, 피도금물의 성상, 형상에 제한되는 일이 없다.

## 실시예

### 실시예 1

두께 1mm의 슬라이드유리판을 알카리탈지액으로 처리한 후, 이 유리판 표면에 이미다졸과  $\gamma$ -글리시독시프로필트리메톡시실란과의 등을 반응생성물인 실란커플링제를 0.4중량% 함유한 2-프로판올 용액을 사용하여 500 RPM으로 스프레이코팅하였다. 그 후, 이 판을 105℃에서 30분간 건조하였다. 또한 Pd활성화액 CG-535A(활성제, 니코 메탈플레이팅(주)제)에 실온으로 1분간 침지한 후, 탈이온수 약 100ml로 수세하여 105℃에서 30분간 건조하여 유리판 표면에 귀금속으로 활성화처리를 행하였다. 다음에 활성화된 유리판을 무전해니켈도금액 니코무 7N(니코 메탈플레이팅(주)제)중에 80℃로 4분간 침지하였다. 무전해니켈도금액에 의해 유리 전면에 균일하게 광택이 있는 막이 석출하고 있으며, 셀로판 테이프에 의한 박리도 없이 양호한 밀착성을 가지는 것이 확인되었다.

### 비교예 1

두께 1mm의 슬라이드유리판을 알카리탈지액으로 처리한 후, 표면에 커플링제처리하지 않고 Pd활성화액 CG-535A로 실온으로 1분간 침지한 후, 탈이온수 약 100ml로 수세하고 105℃에서 30분간 건조하여 유리판표면에 귀금속으로 활성화처리를 행하였다. 다음에 활성화된 유리판을 무전해니켈도금액 니코무 7N 중에 80℃로 4분간 침지하였다. 무전해니켈도금액은 유리판에 거의 석출하지 않았다.

### 비교예 2

두께 1mm의 슬라이드유리판을 불화수소산 및 질산혼합액(불화수소산 100ml/L, 질산100ml/L)에 25℃에서 10분간 침지함으로써 표면에 거친 화학적 처리를 하였다. 이 유리판을 알카리탈지액으로 처리하고, Pd활성화액 CG-535A에 실온으로 1분간 침지한 후, 탈이온수 약 100ml로 수세하고 105℃에서 30분간 건조하여 유리판표면에 귀금속으로 활성화처리를 행하였다. 다음에 활성화된 유리판을 무전해니켈도금액 니코무 7N 중에 80℃로 4분간 침지하였다. 무전해니켈도금액은 유리판에 거의 석출하지 않았다.

### 비교예 3

두께 1mm의 슬라이드유리판을 알카리탈지액으로 처리한 후, 이 유리판표면에 아미노실란커플링제 KBM-903(신에츠화학공업(주)제  $\gamma$ -아미노프로필트리메톡시실란)을 0.4중량% 함유한 2-프로판올용액을 사용하여 500 RPM으로 스프레이코팅하였다. 그 후, 이 판을 105℃에서 30분간 건조하였다. 또한 Pd활성화액 CG-535A에 실온으로 1분간 침지한 후, 탈이온수 약 100ml로 수세하고 105℃에서 30분 건조하여 유리판표면에 귀금속으로 활성화처리를 행하였다. 다음에 무전해니켈도금액 니코무 7N 속에 80℃로 4분간 침지하였다. 무전해니켈도금은 유리판의 일부밖에 석출하지 않았다.

### 비교예 4 및 5

가수분해촉합반응을 촉진시키기 위해서 물과 2-프로판올 등량의 혼합액에 미량의 염산을 가한 후 용액에 아미노실란커플링제 KBM-903을 0.4중량% 또는 그 농도를 10배로 한 4중량%(비교예 5)을 용해한 액을 제조하였다. 비교예 3과 마찬가지로 하여 귀금속활성화처리를 행한 후, 무전해니켈도금을 각 활성화된 판에 행하였다. 무전해도금은 양쪽 모두 실질적으로 유리판의 변질도로 드문드문하게 밖에 석출하지 않았다.

### 실시예 2

페트 필름(상표명; 다이아포일)을 2-프로판올속에서 5분간 초음파세정하여 표면을 탈지처리한 후, 105℃에서 10분간 건조하였다. 다음에 이 필름을 이미다졸과  $\gamma$ -글리시독시프로필트리메톡시실란과의 등을 반응생성물인 실란커플링

제를 4중량% 함유한 2-프로판올 용액중에 1분간 침지한 후 105℃에서 10분간 건조하였다. 또한 그 판을 Pd활성화액 CG-535A에 실온으로 1분간 침지한 후, 탈이온수로 수세하고 105℃에서 10분간 건조하여 페트필름 표면에 귀금속으로 활성화처리를 행하였다. 다음에 무전해동도금액 KC-500 (닛코 메탈플레이팅(주)제)중에 72℃로 20분간 침지하였다. 무전해동도금이 페트 필름 전체면에 균일하게 광택이 있는 막을 석출하였다.

#### 실시에 3

이미다졸과 γ-글리시독시프로필트리에톡시실란과의 등몰 반응생성물인 실란커플링제를 0.4중량% 함유한 2-프로판올용액중에 유리포기초제를 가진 에폭시수지절연판(마쓰시타 덴코(주)제 동코당적층판 FR-4에서 등을 화학 에칭에 의해 제거한 판)을 1분간 침지한 후 105℃에서 60분간 건조하였다. 다음에 이 적층판을 Pd활성화액 CG-535A에 실온으로 1분간 침지한 후, 탈이온수로 수세하고 105℃에서 60분간 건조하여 적층판 표면에 귀금속으로 활성화처리를 행하였다. 이 적층판을 무전해니켈도금액 니코무 7N 중에 80℃로 2분간 침지한 후에, 무전해니켈도금액이 적층판에 균일하게 석출되었다. 또한, 유사하게 귀금속으로 활성화처리한 적층판을 무전해동도금액 KC-500에 70℃로 30분간 침지하면, 동이 표면에 균일하게 석출하였다.

#### 비교예 6

실시에 3과 유사한 유리포기초제를 가진 에폭시수지절연판을 물과 2-프로판올 등량의 혼합액에 미량의 염산을 가한 다음 아미노실란커플링제 KBM-903을 0.4중량% 용해함으로써 제조된 용액에 1분간 침지한 후 105℃로 60분간 건조하였다. 또한 기판을 Pd활성화액 CG-535A에 실온으로 1분간 침지한 후, 탈이온수로 수세하고 105℃에서 60분간 건조하여 적층판 표면에 귀금속으로 활성화처리를 행하였다. 이 판을 무전해니켈도금액 니코무 7N 중에 80℃로 2분간 침지한 후, 무전해니켈도금액이 단지 전체 표면의 약 80% 정도 적층판상에 균일하게 석출하였다.

#### 실시에 4

약 1.5mm 직경의 유리비드 20g을 이미다졸과 γ-글리시독시프로필트리에톡시실란과의 등몰 반응생성물인 용해된 실란커플링제 0.08g을 함유한 50ml의 2-프로판올 용액에 1분간 침지하였다. 액을 여과한 후 105℃에서 30분간 건조하였다. 이 유리비드를 Pd활성화액 CG-535A에 실온으로 1분간 침지한 후, 이 활성화액을 여과하고 더욱 50ml의 탈이온수로 수세하고 105℃에서 30분간 건조를 행하여 유리비드 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 유리비드를 무전해니켈도금액 니코무 7N 중에 80℃로 4분간 침지한 후 무전해니켈도금이 비드 전체면에 균일하게 석출하였다.

#### 비교예 7

약 1.5mm 직경의 유리비드를 아미노실란커플링제 KBM-903을 0.4중량% 함유한 50ml의 2-프로판올용액에 1분간 침지하였다. 액을 여과한 후 비드를 105℃에서 30분간 건조하였다. 이 유리비드를 Pd활성화액 CG-535A 50ml에 실온으로 1분간 침지한 후, 이 활성화액을 여과하고 더욱 50ml의 탈이온수로 수세하고 105℃에서 30분간 건조를 행하여 유리비드 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 유리비드를 무전해니켈도금액 니코무 7N 중에 80℃로 4분간 침지한 후 무전해니켈도금액은 약 30% 이상의 비도금된 비드표면을 남기고 비드표면에 석출하였다.

#### 실시에 5

평균입자직경 50마이크론의 이황화몰리브덴분말 25g을 이미다졸과 γ-글리시독시프로필트리에톡시실란과의 등몰 반응생성물인 실란커플링제 0.1g을 용해한 50ml의 2-프로판올용액에 실온으로 10분간 교반하였다. 용액인 2-프로판올을 증류 제거한 후 이황화몰리브덴분말을 105℃에서 60분간 건조하였다. 이 이황화몰리브덴분말을 Pd활성화액 CG-535A 50ml에 실온으로 20분간 교반한 후, 이 활성화액을 여과제거하고 더욱 50ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 60분간 건조를 행하여 분말체 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 이황화몰리브덴분말을 무전해동도금액 KC-500을 사용하여 72℃에서 도금을 행하였다. 1 중량%의 무전해동도금에 의해 분말체 표면에 균일한 동도금액을 형성할 수 있고, 기초표면인 이황화몰리브덴을 완전히 덮을 수 있었다.

#### 비교예 8

평균입자직경 50마이크론의 이황화몰리브덴분말을 Pd활성화액 CG-535A 50ml에 실온으로 20분간 교반한 후, 이 활성화액을 여과제거하고 더욱 50ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 60분간 건조를 행하여 분말체 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 이황화몰리브덴분말을 무전해동도금액 KC-500을 사용하여 72℃에서 도금을 행하였지만, 이 무전해동도금에 의해 동도금막은 거의 형성할 수 없었다.

#### 실시에 6

평균입자직경 100마이크론의 산화마그네슘분말 50g을 이마다졸과 γ-글리시독시프로필트리메톡시실란과의 등물 반응생성물인 실란커플링제 0.29g을 용해한 100ml의 2-프로판올용액에 실온으로 10분간 교반하였다. 용매인 2-프로판올을 증류제거한 후 105℃에서 30분간 건조하였다. 이 산화마그네슘분말을 Pd활성화액 CG-535A 100ml에 실온으로 20분간 교반한 후, 이 활성화액을 여과제거하고 100ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 30분간 건조를 행하여 분말체 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 산화마그네슘분말을 무전해동도금액 KC-500을 사용하여 72℃에서 도금을 행하였다. 단지 1중량%의 무전해동도금에 의해 분말체 표면에 균일한 동도금막을 형성할 수 있고, 기초 표면인 산화마그네슘을 완전히 덮을 수 있었다.

#### 실시에 7

평균입자직경 100마이크론의 천연흑연분말 25g을 2-에틸-4-메틸이미다졸과 γ-글리시독시프로필트리메톡시실란과의 등물 반응생성물인 실란커플링제 0.1g을 용해한 50ml의 에탄올용액에 실온으로 10분간 교반하였다. 용매인 2-프로판올을 증류 제거한 후 흑연분말을 105℃에서 30분간 건조한다. 이 흑연분말을 Pd활성화액 CG-535A 100ml에 실온으로 20분간 교반한 후, 이 활성화액을 여과제거하고 50ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 30분간 건조를 행하여 분말체 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 흑연분말을 무전해동도금액 KC-500을 사용하여 72℃에서 도금을 행하였다. 6 중량%의 무전해동도금에 의해 분말체 표면에 균일한 동도금막을 형성할 수 있었다. 또한, 유사하게 귀금속활성화한 흑연분말을 무전해니켈도금액 니코무 7N 중에 80℃에서 4분간 침지하면, 무전해니켈도금막이 실질적으로 표면에 균일하게 석출하여 분말체의 색이 흑색에서 회색으로 변하고, 기초표면을 니켈로 완전히 덮을 수 있었다.

#### 실시에 8

평균입자직경 70마이크론의 SiC분말 8g을 이마다졸과 γ-글리시독시프로필트리메톡시실란과의 등물 반응생성물인 실란커플링제 0.2g을 용해한 100ml의 메탄올용액에 실온으로 10분간 교반하였다. 용매인 메탄올을 증류 제거한 후 105℃에서 30분간 건조하였다. 이 SiC분말을 Pd활성화액 CG-535A 100ml에 실온으로 20분간 교반한 후, 이 활성화액을 여과하고 100ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 30분간 건조를 행하여 분말체 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 SiC분말을 무전해동도금액 KC-500을 사용하여 72℃에서 도금을 행하였다. 단지 1중량%의 무전해동도금에 의해 분말체 표면에 균일한 동도금막을 형성할 수 있고, 분말은 완전한 동색으로 되고, 녹색의 SiC 분말을 완전히 덮을 수 있었다.

#### 비교예 9

평균입자직경 70마이크론의 SiC분말 50g을 Pd활성화액 CG-535A 100ml에 실온으로 20분간 교반하고, 이 활성화액을 여과하고 100 ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 30분간 건조를 행하여 분말체 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 SiC분말을 무전해동도금액 KC-500을 사용하여 72℃에서 도금을 행하였다. 무전해동도금막을 분말체 표면에 형성할 수 있지만, SiC분말의 20% 이상을 덮을 수 없었다.

#### 실시에 9

평균입자직경 30마이크론의 산화지르코늄분말 50g을 2-메틸이미다졸과 γ-글리시독시프로필트리메톡시실란과의 등물 반응생성물인 실란커플링제 0.2g을 용해한 100ml의 메탄올용액에 실온으로 10분간 교반하였다. 용매인 메탄올을 증류 제거한 후 105℃에서 30분간 건조하였다. 다음에 이 산화지르코늄분말을 Pd활성화액 CG-535A 100ml에 실온으로 20분간 교반한 후, 이 활성화액을 여과하고 100ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 30분간 건조를 행

하여 분말체 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 산화지르코늄분말을 무전해니켈도금액 니코무 7N중에 80℃로 4분간 침지하면, 무전해니켈도금막이 산화지르코늄표면에 실질적으로 균일하게 석출하여, 기초표면을 완전히 덮을 수 있었다.

#### 실시에 10

직경 0.3mm의 테프론제 실 약 1g을 이미다졸과  $\gamma$ -글리시독시프로필트리메톡시실란과의 등몰 반응생성물인 실란커플링제 0.02g를 용해한 250ml의 에탄올용액에 실온으로 10분간 교반하였다. 용매인 에탄올을 증류 제거한 후 105℃에서 30분간 건조하였다. 이 실을 Pd활성화액 CG-535A 50ml에 실온으로 20분간 침지한 후, 이 활성화액을 여과하고 50ml의 탈이온수로 수세한 후 105℃에서 30분간 건조를 행하여 실의 표면에 귀금속으로 활성화처리하였다. 이 테프론제 실을 무전해니켈도금액 니코무 7N중에 80℃로 4분간 침지하면, 무전해니켈도금막이 실 표면에 균일하게 석출하여, 기초표면을 완전히 덮어 실이 화색이 되었다.



청구의 범위

#### 청구항 1:

귀금속이온과 복합체를 형성하는 활성화능기를 가진 아홉계 화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응에 의해 얻어진 실란커플링제를 포함하여 구성하는 금속도금 전처리제.

#### 청구항 2:

귀금속이온과 복합체를 형성하는 활성화능기를 가진 아홉계 화합물과 에폭시실란계 화합물과의 반응에 의해 얻어진 실란커플링제로 표면처리한 피도금물을 귀금속이온을 함유하는 용액으로 처리한 후, 무전해도금하는 것을 특징으로 하는 금속도금 방법.

#### 청구항 3:

제 2 항에 있어서, 아홉계 화합물이 이미다졸류인 것을 특징으로 하는 금속도금 방법.

#### 청구항 4:

제 2 항에 있어서, 귀금속이온이 팔라듐이온인 것을 특징으로 하는 금속도금 방법.

#### 청구항 5:

제 2 항에 있어서, 무전해도금이 동 또는 니켈인 것을 특징으로 하는 금속도금 방법.